DEUTSCHLAND

® BUNDESREPUBLIK ® Offenl gungsschrift ₀ DE 3027796 A1

(5) Int. Cl. 3: C 08 G 18/18



DEUTSCHES PATENTAMT

- ② Aktenzeichen:
- 2 Anmeldetag:
- 43 Offenlegungstag:

P 30 27 796.4

23. 7.80

18. 2.82



(7) Anmelder:

Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

Haas, Peter, Dr., 5657 Haan, DE; Freitag, Hans-Albrecht, Dr., 5060 Bergisch Gladbach, DE

Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen unter Verwendung von Dialkylaminoalkylhamstoffen als Katalysatoren

Patentansprüche

5

10

15

20

1. Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen durch Umsetzung von mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400 - 10000 mit Polyisocyanaten und gegebenenfalls Kettenverlängerungsmitteln vom Molekulargewicht 32-400 in Gegenwart von tertiären Aminogruppen aufweisenden Katalysatoren und gegebenenfalls in Gegenwart von Schaumstabilisatoren, Wasser und/oder organischen Treibmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß als Katalysatoren Dialkylaminoalkylharnstoffen der allgemeinen Formel

$$X - (CH_2) - NH - C - NH - C$$

in der Q ein Alkylenrest, Cycloalkylenrest oder
Arylenrest,

m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und R Wasserstoff oder $-(CH_2)_m$ X bedeuten kann X Reste der Formeln

n eine ganze Zahl zwischen 2 und 5

Le A 20 345

in der

 R_5 Wasserstoff oder C_1 bis C_7 Alkyl, das durch

-N R_{7} substituiert sein kann, und

 R_6 , R_7 unabhängig voneinander C_1 bis C_5 Alkyl bedeuten,

5

10

15

b)
$$-N - (CH_2) - N - R_6$$

$$R_8$$

in der

 R_8 für C_1 bis C_8 Alkyl oder für den Rest

steht, und

n, R₆, R₇ die oben ganannte Bedeutung haben,

c)
$$-N \stackrel{(CH_2)}{\nearrow} Z$$

in der

 $z - 0 - oder > N - R_q$

p und q unabhängig voneinander eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und .

 R_9 C_1 bis C_8 -Alkyl bedeuten, wobei der Alkylrest auch durch

-N R_7 substituiert sein kann, darstellen.

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
Zentralbereich
Patente, Marken und Lizenzen

5090 Leverkusen-Bayerwerk

GM-ABc

Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen unter Verwendung von Dialkylaminoalkylharnstoffen als Katalysatoren

Bislang sind eine Vielzahl an Aktivatoren für die Herstellung von Polyurethanen beschrieben worden, welche jedoch, abhängig vom Siedepunkt, zu einem mehr oder weniger starken Amingeruch führen. Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, auch bei höheren Verarbeitungstemperaturen katalytisch wirksame, nicht oder schwer verdampfende, tertiäre Aminogruppen enthaltende Aktivatoren zu verwenden.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen durch Umsetzung von mindestens
zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht
400 — 10000 mit Polyisocyanaten und gegebenenfalls
Kettenverlängerungsmitteln vom Molekulargewicht 32 400 in Gegenwart von tertiären Aminogruppen aufweisenden Katalysatoren und gegebenenfalls in Gegenwart von
Schaumstabilisatoren, Wasser und/oder organischen
Treibmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß als Katalysatoren Dialkylaminoalkylharnstoffe der allgemeinen
Formel

Le A 20 345

$$X-(CH_2)_{m}-N-C-NH-Q-NH-C-N-(CH_2)_{m}-X,$$

in der Q ein Alkylenrest, Cycloalkylenrest oder Arylenrest,

m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und

5 R Wasserstoff oder $-(CH_2)_m$ -X bedeuten und X Reste der Formeln

a)
$$-0-(CH)_{n}-N < \frac{R_{6}}{R_{7}}$$

in der

n eine ganze Zahl zwischen 2 und 5

10 R_5 Wasserstoff oder C_1 bis C_7 Methyl, das durch -N R_7

substituiert sein kann, und R_6 , R_7 unabhängig voneinander C_1 - C_5 Alkyl bedeuten.

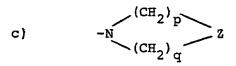
b)
$$-N - (CH_2)_n - N < \frac{R_6}{R_7}$$

in der

15 R_8 für C_1 bis C_8 Alkyl oder für den Rest $-(CH_2)_n - N < R_7$

steht, und

n, R₆, R₇ die oben genannte Bedeutung haben,



in der

Z -O- oder N-R_q,

p und q unabhängig voneinander eine ganze Zahl zwischen

2 und 5 und

10

15

 R_9 C_1 bis C_8 -Alkyl bedeuten, wobei der Alkylrest auch durch

$$-N$$
 $\stackrel{R_6}{\underset{R_7}{\stackrel{}{\sim}}}$ substituiert sein kann, darstellen.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Katalysatoren werden nach an sich bekannten Verfahren durch Addition von Aminen der Formel X-(CH₂)_m-NH-R an Diisocyanate der Formel Q(NCO)₂ enthalten.

Als Diisocyanate kommen aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische, aromatische und heterocyclische Diisocyanate wie sie z.B. von W. Siefken in Justus Liebigs Annalen der Chemie 563, Seite 75 bis 136, beschrieben werden, beispielsweise solche der Formel

Q (NCO) 2

in der Q bevorzugt einen aliphatischen Kohlenwasser
stoffrest und 2 - 15, vorzugsweise 6 - 10 C-Atomen
einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 4 - 15, vorzugsweise 5 - 10 C-Atomen
eines aromatischen Kohlenwasserstoffrestes mit 6 - 15,
vorzugsweise 6 - 13 C-Atomen, oder einen araliphati
schen Kohlenwasserstoffrest mit 8 - 15, vorzugsweise 8 - 13 C-Atomen bedeuten z.B. Ethylendiisocyanat,
1,4-Tetramethylendiisocyanat, 1,6-HexamethylendiisoLe A 20 345

cyanat, 1,12-Dodecandiisocyanat, Cyclobutan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,3- und 1,4-diisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, 1-Isocyanat-3,3,5-trimethyl-5-isocyanato-methyl-cyclohexan (DE-Auslegeschriften 1205 785, US-Patentschriften 3 401 190), 2,4- und 2,6-Hexahydrotoluylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, Hexahydro-1,3- und/oder 1,4-phenylendiisocyanat, Perhydro-2,4- und/oder 4,4'-diphenylmethandiisocyanat, 1,3- und 1,4-Phenylendiisocyanat, 2,4- und 2,6-Toluylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, Diphenylmethan-2,4'- und/oder -4,4'-diisocyanat, Naphthylen-1,5-diisocyanat.

Als Amine werden Verbindungen der Formel

verwendet, in denen
R = H oder X-(CH₂)_m- sein kann,
m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 bedeutet und
X den Formel

a)
$$-0-(CH)_n-N < \frac{R_6}{R_7}$$

20 b)
$$-N-(CH_2)_{n}-N < \frac{R_6}{R_7}$$

5

10

3027796

c)
$$-N$$
 $(CH_2)_p$ Z $Z = -O-, N-R_g$

R, R_6 , R_7 , R_8 , R_9 , n, p und q die bereits genannte Bedeutung haben.

Als derartige Amine, die z.B. in DE-OS 2 936 239 oder in DE-OS 2 732 292 beschrieben werden, seien z.B. genannt:

Bei den Umsetzungsprodukten (erfindungsgemäß eingesetzten Harnstoffen) handelt es sich größtenteils um mehr
oder weniger viskose, wasserhelle Flüssigkeiten, die
praktisch geruchsfrei sind und auch bei Temperaturen
der Polyurethanherstellung zu keiner Geruchsbelästigung
führen. Die erhaltenen, tertiäre Aminogruppen enthaltenden Harnstoffe werden, bezogen auf 100 Gew.-Teile
der mindestens zwei aktiven Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400 bis
10.000, in einem Bereich von 0,3 bis 5,0 Gew.-Teile verwendet.

Als Beispiele für die erfindungsgemäß zu verwendenden Aktivatoren seien genannt:

$$\begin{array}{c} \text{CH}_{3} \\ \text{CH}_{3} \\ \text{CH}_{3} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}\text{CH}_{2}\text{-CH}_{2}\text{-NH-}\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}\text{CH}_{2}\text{-CH}_{2}\text{-NH-}\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{4} \\ \text{-NH-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{4} \\ \text{-NH-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{4} \\ \text{-NH-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{6} \\ \text{-NH-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{6} \\ \text{-NH-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH-}(\text{C-NH}_{2})_{3} \\ \text{-N-}(\text{C-NH-}(\text{C-$$

$$\begin{bmatrix} (\mathsf{CH}_3)_2 \mathsf{N} - (\mathsf{CH}_2)_3 \end{bmatrix}_2 \mathsf{N} - \overset{\circ}{\mathsf{C}} - \mathsf{NH} + \overset{\mathsf{C}} - \mathsf{NH} + \overset{\circ}{\mathsf{C}} - \mathsf{NH} + \overset{\circ}{\mathsf{C}} - \mathsf{NH} + \overset{\circ}{\mathsf{$$

$$\left[(CH_3)_2 - N(CH_2)_3 \right]_2 N - (CH_2)_3 - NH - C - N - (CH_2)_6 - NH - C - NH - (CH_2)_3 N - (CH_3)_2 \right]_2$$

$$(CH_3)_2N - (CH_2)_2 - 0 - (CH_2)_3 - NH - C - NH - (CH_2)_2 - NH - C - NH - (CH_2)_3 - 0 - (CH_2)_2 - N(CH_3)_2$$

Für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden eingesetzt:

1. Als Ausgangskomponenten aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische, aromatische und heterocyclische Polyisocyanate, wie sie z.B. von W. Siefken in Justus Liebigs Annalen der Chemie, 562, Seiten 75 bis 136, beschrieben werden, beispielsweise solche der Formel

Q (NCO)

10 in der n = 2-4, vorzugsweise 2, und Q einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2-18, vorzugsweise 6-10 C-Atomen, 15 cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest einen mit 4-15, vorzugsweise 5-10 C-Atomen, aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit einen 6-15, vorzugsweise 6-13 C-Atomen, oder einen araliphatischen Kohlenwasserstoffrest 20 mit 8-15, vorzugsweise 8-13 C-Atomen, bedeuten, z.B. solche Polyisocyanate, wie sie in das DE-OS 2 832 253, Seiten 10-11 beschrieben werden.

Besonders bevorzugt werden in der Regel die technisch 25 leicht zugänglichen Polyisocyanate, z.B. das 2,4- und 2,6-Toluylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren ("TDI"), Polyphenyl-polymethylen-polyiso-

Le A 20 345

cyanate, wie sie durch Anilin-Formaldehyd-Kondensation und anschließende Phosgenierung hergestellt werden ("rohes MDI") und Carbodiimidgruppen, Urethangruppen, Allophanatgruppen, Isocyanuratgruppen, Harnstoffgruppen oder Biuretgruppen aufweisenden Polyisocyanate ("modifizierte Polyisocyanate"), insbesondere solche modifizierten Polyisocyanate, die sich vom 2,4- und/oder 2,6-Toluylendiisocyanat bzw. vom 4,4'- und/oder 2,4'-Diphenylmethandiisocyanat ableiten.

Als Ausgangskomponenten ferner Verbindungen mit 2. mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatomen von einem Molekulargewicht in der Regel von 400 - 10 000. Hierunter 15 versteht man neben Aminogruppen, Thiolgruppen oder Carboxylgruppen aufweisenden Verbindungen vorzugsweise Hydroxylgruppen aufweisende Verbindungen, insbesondere zwei bis acht Hydroxylgruppen aufweisende Verbindungen, speziell solche vom Mole-20 kulargewicht 1000 bis 6000, vorzugsweise 2000 bis 4000, z.B. mindestens zwei, in der Regel 2 bis 8, vorzugsweise aber 2 bis 4, Hydroxylgruppen aufweisende Polyester, Polyether, Polythiolether, Polyacetale, Polycarbonate und Polyesteramide, 25 wie sie für die Herstellung von homogenen und von zellförmigen Polyurethanen an sich bekannt sind und wie sie z.B. in der DE-OS 2 832 253, Seiten 11-18, beschrieben werden.

5

3. Gegebenenfalls als Ausgangskomponenten Verbindungen mit mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatomen und einem Molekulargewicht von 32 bis 400. Auch in diesem Fall versteht man hierunter Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen und/oder Thiolgruppen und/oder Carboxylgruppen aufweisende Verbindungen, vorzugsweise Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen aufweisende Verbindungen, die als Kettenverlängerungsmittel 10 oder Vernetzungsmittel dienen. Diese Verbindungen weisen in der Regel 2 bis 8, vorzugsweise 2 bis 4, gegenüber Isocyanaten reaktionsfähige Wasserstoffatome auf. Beispiele hierfür werden in der DE-AS 2 832 253, Seiten 19-20, beschrieben.

Gegebenenfalls Hilfs- und Zusatzmittel wie 15

- Wasser und/oder leicht flüchtige anorganische a) oder organische Substanzen als Treibmittel,
- b) Katalysatoren der an sich bekannten Art,
- C) Oberflächenaktive Zusatzstoffe, wie Emulgatoren 20 und Schaumstabilisatoren.
 - đ) Reaktionsverzögerer, z.B. sauer reagierende Stoffe wie Salzsäure oder organische Säurehalogenide, ferner Zellregler der an sich bekannten Art wie Paraffine oder Fettalkohole oder Dimethylpolysiloxane sowie Pigmente oder Farbstoffe und Flammschutzmittel der an sich bekannten Art, z.B. Tris-chlorethylphosphat,

Le A 20 345

25

Trikresylphosphat oder Ammoniumphosphat und -polyphosphat, ferner Stabilisatoren gegen Alterungsund Witterungseinflüsse, Weichmacher und fungistatisch und bakteriostatisch wirkende Substanzen sowie Füllstoffe wie Bariumsulfat, Kieselgur, Ruß oder Schlämmkreide.

Diese gegebenenfalls mitzuverwendenden Hilfs- und Zusatzstoffe wurden beispielsweise in der DE-OS 2 732 292, Seiten 21-24 beschrieben.

Weitere Beispiele von gegebenenfalls erfindungsgemäßen mitzuverwendenden oberflächenaktiven Zusatzstoffen und Schaumstabilisatoren sowie Zellreglern, Reaktionsverzögerern, Stabilisatoren, flammhemmende Substanzen, Weichmachern, Farbstoffen und
Füllstoffen sowie fungistatisch und bakteriostatisch wirksamen Substanzen sowie Einzelheiten über
Verwendungs- und Wirkungsweise dieser Zusatzmittel
sind im Kunststoff-Handbuch, Band VII, herausgegeben von Vieweg und Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag,
München 1966, z.B. auf den Seiten 103 bis 113 beschrieben.

Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens:

Die Reaktionskomponenten werden erfindungsgemäß nach dem an sich bekannten Einstufenverfahren, dem Prepolymerverfahren oder dem Semiprepolymerverfahren zur Umsetzung gebracht, wobei man sich oft

Le A 20 345

5

10

15

. 20

maschineller Einrichtungen bedient, z.B. solcher, die in der US-Patentschrift 2 764 565 beschrieben werden. Einzelheiten über Verarbeitungseinrichtungen, die auch erfindungsgemäß in Frage kommen, werden im Kunststoff-Handbuch, Band VII, herausgegeben von Vieweg und Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1966, z.B. auf den Seiten 121 bis 205 beschrieben.

Bei der Schaumstoffherstellung kann erfindungsgemäß die Verschäumung auch in geschlossenen Formen durchgeführt 10 werden. Dabei wird das Reaktionsgemisch in eine Form eingetragen. Als Formmaterial kommt Metall, z.B. Aluminium, oder Kunststoff, z.B. Epoxidharz, in Frage. In der Form schäumt das schäumfähige Reaktionsgemisch auf und bildet den Formkörper. Die Formverschäumung kann da-15 bei so durchgeführt werden, daß das Formteil an seiner Oberfläche Zellstruktur aufweist, sie kann aber auch so durchgeführt werden, daß das Formteil eine kompakte Haut und einen zelligen Kern aufweist. Erfindungsgemäß kann man in diesem Zusammenhang so vorgehen, daß man 20 in die Form so viel schäumfähiges Reaktionsgemisch einträgt, daß der gebildete Schaumstoff die Form gerade ausfüllt. Man kann aber auch so arbeiten, daß man mehr schaumfähiges Reaktionsgemisch in die Form einträgt, als zur Ausfüllung des Forminneren mit Schaumstoff not-25 wendig ist. Im letztgenannten Fall wird somit unter "overcharging" gearbeitet; eine derartige Verfahrensweise ist z.B. aus den US-Patentschriften 3 178 490 und 3 182 104 bekannt.

Le A 20 345

Bei der bevorzugten Formverschäumung werden vielfach an sich bekannte "äußere Trennmittel", wie Siloconöle, mitverwendet. Man kann aber auch sogenannte "innere Trennmittel", gegebenenfalls im Gemisch mit äußeren Trennmitteln, verwenden, wie sie z.B. aus den DE-Offenlegungsschriften 2 121 670 und 2 307 589 bekanntgeworden sind.

Erfindungsgemäß lassen sich auch kalthärtende Schaumstoffe herstellen (vgl. GB-Patentschrift 1 162 517, DE-Offenlegungsschrift 2 153 086).

Selbstverständlich können aber auch Schaumstoffe durch Blockverschäumung oder nach dem an sich bekannten Doppeltransportbahndverfahren hergestellt werden.

Die nach der Erfindung erhältlichen Produkte finden z.B. folgende Anwendung: Automobilsitze, Armlehnen, Bauelemente, Matratzen, Kühlmöbel, Tiefkühlhausisolierungen, Dachisolierungen, Dämmplatten für die Bauindustrie; Bauplatten (Sandwich-Platten).

Le A 20_345

5

Beispiele

5

10

15

20

A.
$$\angle (CH_3)_2 N - (CH_2)_3 7_2 N - C - NH - (CH_2)_6 NH - C - N \angle (CH_2)_3 - N (CH_3)_2 7_2$$

Zu einer Lösung von 187 g (1 m) Bis-(dimethylamino-propyl)-amin in 200 ml Toluol werden 84 g (0,5 m) Hexamethylendiisocyanat getropft, wobei die Temperatur durch Kühlen auf 70°-80°C gehalten wird. Anschließend wird sofort eingeengt. Ausb. 271 g, quantitativ, einer viskosen farblosen Flüssigkeit; Molekulargewicht gef.: 530, Analyse für C₂₈H₆₂N₈O₂ (542) ber. C: 620, H: 11,4, N: 12,5 gef. C: 61,5, H: 10,2, N: 12,0.

в.
$$\angle (\text{CH}_3)_2 \text{N} - (\text{CH}_3)_2 \text{7N} - \ddot{\text{C}} - \text{NH} - (\text{CH}_2)_2 - \text{NH} - \ddot{\text{C}} - \text{N} \angle (\text{CH}_2)_3 \text{N} (\text{CH}_3)_2 \text{7}_2$$

Gemäß A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylenaminopropyl)amin und 56 g (0,5 m) Ethylendiisocyanat. Ausbeute
243 g, quantitativ, einer viskosen, farblosen
Flüssigkeit, Analyse für C₂₄H₅₄N₈O₂ (486)
Molekulargewicht gef. 475; ber. C: 59,2, H:11,1,

N: 24,7; gef: C: 58,8, H: 11,0

Gemäß A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-

amin und 111 g (0,5 m) 1-Isocyanato-3,3,5-tri-methyl-5-isocyanatomethylcyclohexan;

Ausb. 298 g, quantitativ, eines farblosen, zähen Öls,

Molekulargewicht gef. 580, Analyse für $C_{32}^{H}_{67}^{N}_{8}^{O}_{2}$ (596)

ber. C: 62,4, H: 11,2 N: 18,7; C: 62,0, H: 10,7 N: 18,5;

D.
$$\angle (CH_3)_2 N - (CH_2)_3 \overline{7}_2 N - \overline{C} - NH - \overline{C}_1 + NH - \overline{C}_2 - N \angle (CH_2)_3 N (CH_3)_2 \overline{7}_2$$

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin und 83 g (0,5 m) Cyclohexan-1,4-diisocanat; Ausb. 270 g, quantitativ, eines farblosen,
viskosen öls, Molekulargewicht gef.: 530, Analyse
für C₂₈H₅₈N₈O₂ (540)
ber. C: 62.2. H: 10.7. N: 20.7.

ber. C: 62,2, H: 10,7, N:20,7; gef. C: 61,5, H: 10,0, N:20,0;

Le A 20 345

5 .

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethyl-aminopropyl)-amin und 90 g (0,5 m) 1-Methyl-2,4-und -2,6-Diisocyanato-cyclohexan (80:20); Aus. 277 g, quantitativ einer viskosen farblosen Flüssigkeit, Molekulargewicht gef. 528; Analyse für $\rm C_{30}^{H}70^{N}8^{O}2$ (544)

ber. C: 66,2, H: 12,9, N: 20,6; gef. C: 65,7, H: 12,2, N: 20,2;

F.

5

$$\sqrt{(CH_3)_2}N - (CH_2)_3 \sqrt{7_2} N - \sqrt{C-NH} - \sqrt{H} - CH_2 - \sqrt{H} - NH - \sqrt{C-N}$$
 $\sqrt{(CH_2)_3} - N (CH_3)_2 \sqrt{7_2}$

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin und 131 g (0,5 m) 4,4'-Disisocyanatodicyclohexylmethan, Ausb. 318, quantitativ einer viskosen Flüssigkeit, Molekulargewicht gef: 62,5 Analyse für C₃₅H₇₈N₈O₂ (636)

15 ber. C: 66,0, H: 12,2, N: 17,6; gef. C: 65,5, H: 11,4, N: 17,0;

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethyl-aminopropyl)-amin und 87 g (0,5 m) Toluylen-2,4-diisocyanat; Ausb. 274 g. quant. einer viskosen Flüssigkeit Molekulargewicht gef. 537; Analyse für $C_{29}^{H}_{54}^{N}_{8}^{O}_{2}$ (548) ber.: C 64,7, H: 10,0, N: 20,8; gef.: C 64,0 H: 1,7, N: 20,2;

H. (CH₃)₂N-(CH₂)₃NH-C-NH-(CH₂)₆NH-C-NH-(CH₂)₃N(CH₃)₂

Gemäß A aus 102 g (1 m) Dimethylaminopropylamin

und 84 g (0,5 m) Hexamethylendiisocyanat; das abgesaugte Produkt hat einem Schmp. von 155°C und ist in Wasser, Ethylenglykol und Diisopropylenglykol löslich, Molekulargewicht gef. 363;

Analyse für C₁₈H₄₀N₆O₂ (372)

ber : C 58 0: H: 10.7: N: 22.6:

15 ber.: C 58,0; H: 10,7; N: 22,6; gef.: C 57,4; H: 10,0; N: 22,2;

J. Harnstoff aus einem biuretisierten Hexamethylendiisocyanat In 96,5 g (0,5 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin

und 200 ml Toluol werden 100 g eines biuretisierten Hexamethylendiisocyanates mit einem NCO-Gehalt von 21,4 % getropft; anschließend wird eingeengt, Ausbeute quantitativ eines leicht gelben viskosen öls, Molekulargewicht gef. 1080, idealisiert M ber.

25 1039;

5

K. $(CH_3)_2N - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_3 - NH - C - NH - (CH_2)_6 - NH - C - NH - (CH_2)_3 - O - (CH_2)_2 - N - (CH_3)_2$

In 146 g (1 m) 3-Aminopropyl-2-dimethylaminoethylether und 200 ml Toluol werden 83 g (0,5 m) Hexamethylendiisocyanat getropft, abgesaugt und gebrannt, Ausbeute quantitativ, Schmp.: 147°C, von glatter Löslichkeit in Ethylenglykol, Diethylenglykol; Molekulargewicht gef.: 454; Analyse für $C_{22}H_{48}N_6O_4$ (460)

10 ber.: C 57,4 H: 9,6 N: 20,9; gef.: C 56,3 H. 9,1 N: 20,1.

Beispiel 1

10

- 100 Teile eines Polyethers der OH-Zahl 28, hergestellt durch Addition von Propylenoxid und Ethylenoxid an Trimethylolpropan
- 5 3,0 Tl. Wasser
 - O,1 Tl. Bis-(dimethylaminoethyl)-ether
 - 0,6 Tl. Diazabicyclooctan
 - werden mit 35,5 Tl. eines Isocyanatgemisches, bestehend aus 80 % eines Gemisches aus Toluylen-2,4und -2,6-diisocyanat (80:20) sowie 20 % eines durch
 Phosgenierung eines Anilin-Formaldehyd-Kondensates
 gewonnenen Polyisocyanates mit 44 % NCO-Gehalt
 werden verschäumt. Liegezeit: 5 sec., Fadenzieh-

1,0 Tl. eines handelsüblichen Siliconstabilisators

- zeit: 57 sec., Steigzeit: 103 sec.; um dem entstandenen Formteil (20 l Kastenform) nun noch eine gleichmäßige Zellstruktur und eine dünne, feine Haut zu geben, muß in der Regel mit typischen Hautbildungsaktivatoren, z.B. mit N-Methylmorpholin
- oder Triethylamin kokatalysiert werden. Ihre Verwendung ist jedoch mit einer starken Geruchsbelästigung verbunden.
- Ersetzt man nun O,3 Teile Diazabicyclooctan durch
 O,5 Teile des geruchsarmen Aktivators gemäß A,
 so erhält man bei fast unveränderten Verschäumungsdaten (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 55 sec.,
 Steigzeit: 102 sec.) ein Formteil, welches beim
 Entformen deutlich weniger des typischen Amingeruchs freisetzt. Das Formteil zeigt eine feine und

gleichmäßige Porenstruktur sowie eine feine und dünne Haut.

Beispiel 2

Man arbeitet analog Beispiel 1.2 unter Verwendung von 0,5 Tl. des Aktivators gemäß C (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 57 sec., Steigzeit: 103 sec.). Das Formteil zeigt bei einer dünnen, durchgehenden Haut eine feine Porenstruktur auf.

Beispiel 3

Man arbeitet analog Beispiel 1.2 unter Verwendung von 0,5 Tl. des Aktivators gemäß E (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 56 sec., Steigzeit: 102 sec.). Das Formteil zeigt bei einer ebenfalls dünnen, durchgehenden Haut eine feine regelmäßige Porengröße auf.

		٠
·		